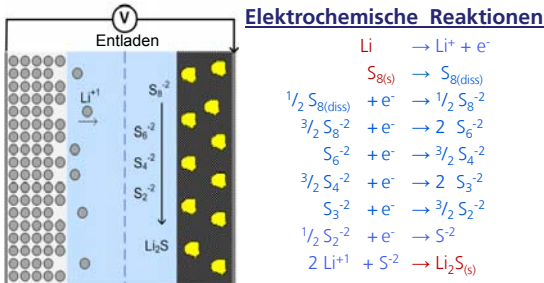


# Herstellung und Charakterisierung von Li-Schwefel-Kathoden durch in-situ XRD, Impedanzspektroskopie und AFM-Messungen

Norbert Wagner<sup>1</sup>, Natalia A. Cañas<sup>1</sup>, Renate Hiesgen<sup>2</sup>, Brigitta Pascucci<sup>1</sup>, Andreas K. Friedrich<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt (DLR), Institut für Technische Thermodynamik, Pfaffenwaldring 38-40, 70569 Stuttgart, <sup>2</sup>Hochschule Esslingen, Kanalstr. 33, 73728 Esslingen

## Lithium-Schwefel-Batterie



**+** Hohe theoretische Speicherkapazität (1675 Ah kg<sub>Schwefel</sub><sup>-1</sup>)  
Hohe Energiedichte (2500 Wh kg<sup>-1</sup>)  
Schwefel ist kostengünstig und ungiftig

**-** Hohe Degradation durch Verlust von Aktivmaterial  
Elektrochemische Vorgänge und Degradationsmechanismus ungeklärt.

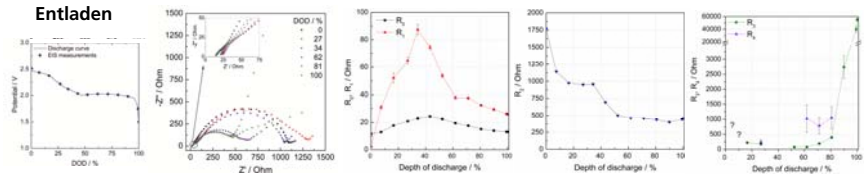
**Feststoffprodukt**  
**Gelöste polysulfidische Zwischenprodukte**  
**Feststoffprodukt**

## Ergebnisse

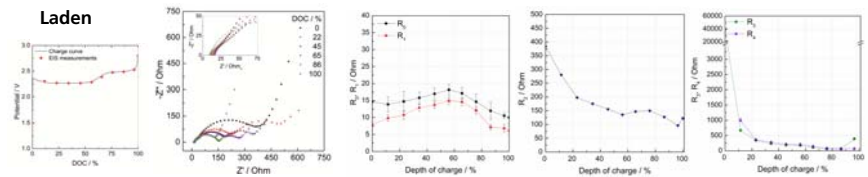
### EIS während Zyklisierung der Zelle

Abhängigkeit der Impedanzelemente aus dem Ersatzschaltbild vom Ladezustand der Batterie, durchschnittliche Entlade-/Ladekapazität: 1276 / 1283 Ah kg<sub>Schwefel</sub><sup>-1</sup>

#### Entladen

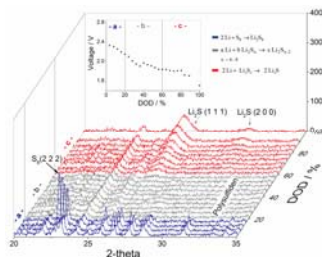


#### Laden

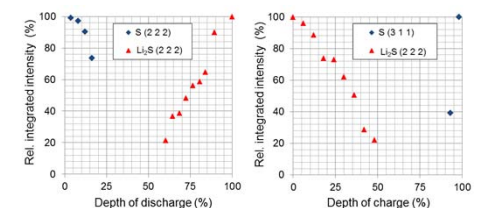


### In-situ XRD Messungen

Diffraktogramme der Li-S Batterie während der ersten Entladung

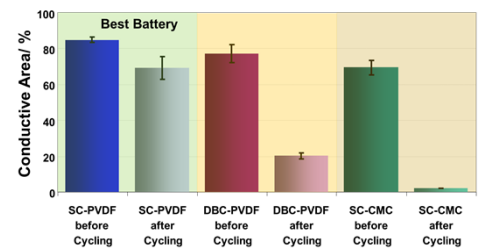
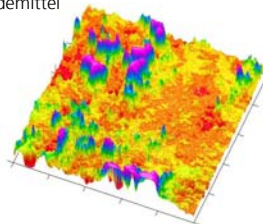


Semi-quantitative Röntgenanalyse für den ersten Entlade- und Ladezyklus einer Li-S-Batterie



### AFM Messungen

Strom auf Topografie mit Pt-Spitze  
Gesprührte Kathode mit PVDF-Bindemittel



## Materialien und Methoden

### Batterieaufbau und Komponenten

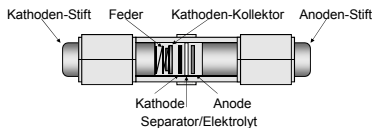
**Kathode:**  
- Schwefel (50 wt. %)  
- Carbon black (40 wt. %)  
- PVDF (10 wt. %)

**Elektrolyt:**  
1 M LiPF<sub>6</sub>/TEGDME

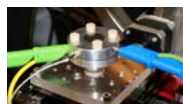
**Separator:** Celgard 2500

**Anode:**  
Lithium

### Elektrochemische Test-Zelle : EIS



### In-situ XRD Zelle

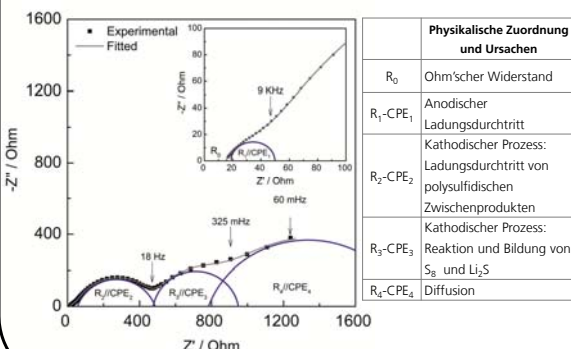
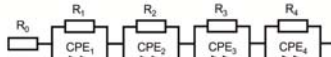


**XRD** Bruker D8 Discover mit VANTEC zweidimensionalen Detektor

**AFM** Multimode-8, Bruker mit PeakForce QNM™ und PeakForce TUNA™ Modi

## Modell

### Elektrochemisches Ersatzschaltbild



## Zusammenfassung

- Ein elektrochemisches Ersatzschaltbild zur Beschreibung der elektrochemischen Vorgänge während des Lade-/Entladevorganges wurde erstellt [1].
- Die Bildung von Li<sub>2</sub>S konnte erstmalig durch XRD bei einer Entladungstiefe von 60 % beobachtet werden. Während des Ladevorganges reagiert Li<sub>2</sub>S vollständig ab. Schwefel kristallisiert in orientierter Struktur und mit verringerter Korngröße als vor dem Zyklieren. Die kristallinen Reaktionsprodukte (S<sub>8</sub> und Li<sub>2</sub>S) wurden semi-quantitativ ermittelt [2].
- Eine Korrelation zwischen der leitfähigen Oberfläche, bestimmt durch AFM Messungen und Speicherkapazität von Li-S-Batterien konnte ermittelt werden [3].

### Literatur

- [1] N. A. Cañas, K. Hirose, N. Wagner, B. Pascucci, K.A. Friedrich, R. Hiesgen, Electrochimica Acta, 97 (2013) 42-51.
- [2] N. A. Cañas, S. Wolf, N. Wagner, K. A. Friedrich. Journal of Power Sources, 226 (2013) 313-319.
- [3] R. Hiesgen, I. Galm, T. Morawietz, S. Sörgel, B. Pascucci, K.A. Friedrich, Characterization of Electrode Composition and Performance of Li-S Cathodes, 2012 Spring Meeting of MRS, April 9-13, 2012, San Francisco, California.



Deutsches Zentrum  
für Luft- und Raumfahrt  
German Aerospace Center

Knowledge for Tomorrow

Wissen für Morgen

